

**Herbicide showing long lasting effect - contains as active component a mixt. of 2-chloro-2,6-diethyl-n-(propoxyethyl) acetanilide and a pyrazole deriv.**

**Patent Assignee:** SANKYO CO LTD

**Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 55035035	A	19800311	JP 78108384	A	19780904	198017	B
JP 86004362	B	19860208	JP 78108384	A	19780904	198610	

**Priority Applications (Number Kind Date):** JP 78108384 A ( 19780904)

**Abstract:**

JP 55035035 A

Herbicide compsn. contains a mixt. of 2-chloro-2,6-diethyl-N-(propoxyethyl)acetanilide (A) and a pyrazole deriv. of formula (I) (where X is H, 4-toluenesulphonyl or -(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub> Y; Y is lower alkoxy, lower alkylthio, lower alkoxy carbonyl, lower fatty acyl or phenyl or benzoyl opt. substd. by 1-3 lower alkyl, halogen or nitro).

(A) shows high effect to barnyard grass, broad leaf weeds, flatsedge and slender spike rush at initial growth stage, but it does not show satisfactory effect to the developed growth stage of weeds. (I) shows the effect to annual gramineous weeds, broad leaf weeds and perennial weeds such as flatsedge and arrowhead, but it does not show satisfactory effect to the developed growth stage of weeds. The herbicidal spectrum can be extended by mixing (A) with (I). Further, the period of use can be extended without damage to paddy rice. The mixt. shows sufficient effect in small amts. and shows a long-lasting effect.

(I) is new excluding 1,3-dimethyl-4-(2,4-dichlorobenzoyl)-5-hydroxypyrazole and 1,3-dimethyl-4-(2,4-dichlorobenzoyl)-5-p-toluenesulphonyloxypuraz- ole.

Derwent World Patents Index

© 2001 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 2512030



OK

6

⑯ 日本国特許庁 (JP)  
 ⑰ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開  
 昭55—35035

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
 A 01 N 43/56  
 37/22  
 // C 07 D 231/10

識別記号 庁内整理番号  
 6347—4H  
 7306—4C

⑩ 公開 昭和55年(1980)3月11日  
 発明の数 1  
 審査請求 未請求

(全 9 頁)

## ④ 除草性組成物

② 特 願 昭53—108384  
 ② 出 願 昭53(1978)9月4日  
 ② 発明者 此常卓男  
 東京都品川区広町1丁目2番58  
 号三共株式会社農薬研究所内  
 ② 発明者 川久保克彦  
 滋賀県野洲郡野洲町大字野洲10

41三共株式会社農薬研究所内  
 ② 発明者 本間豊邦  
 滋賀県野洲郡野洲町大字野洲10  
 41三共株式会社農薬研究所内  
 ① 出願人 三共株式会社  
 東京都中央区日本橋本町3丁目  
 1番地の6  
 ④ 代理人 弁理士 横出庄治

## 明細書

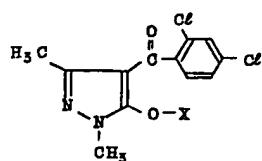
## 1. 発明の名称

除草性組成物

## 2. 特許請求の範囲

(1) 2-クロル-2', 6'-ジエチル-N-(プロキシエチル)アセトアニリドと

一般式



[式中、Xは水素原子、4-トルエンスルホニル基、または基-C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-X(Xは低級アルコキシ基、低級アルキルチオ基、低級アルコキシカルボニル基、低級脂肪族アシル基または1個ないし3個の低級アルキル、ヘロゲンもしくはニトロで置換されていてもよいフェニル基もしくはベンゾイル基を示し、nは1または2である)を示す。]

で表わされるピラゾール誘導体とを混合して

なることを特徴とする除草剤。

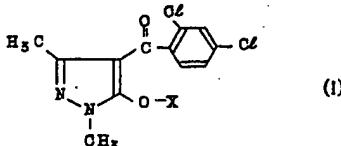
(2) ピラゾール誘導体が1, 3-ジメチル-4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-5-ヒドロキシピラゾールまたは4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチルピラゾール-5-イル-4-トルエンスルホニートである特許請求の範囲第1項に記載の除草剤。

(3) ピラゾール誘導体が4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-フェナシルオキシピラゾールまたは4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(4-メチルフェナシルオキシ)ピラゾールである特許請求の範囲第1項に記載の除草剤。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は、

2-クロル-2', 6'-ジエチル-N-(プロキシエチル)アセトアニリドと  
 一般式



[式中、 $\text{x}$ は水素原子、4-トルエンスルホニル基、または基 $-\text{OR}_2\text{Y}$  ( $\text{Y}$ は低級アルコキシ基、低級アルキルチオ基、低級アルコキシカルボニル基、低級脂肪族アシル基または1個ないし3個の低級アルキル、ヘロゲンもしくはニトロで置換されていてもよいフェニル基もしくはベンゾイル基を示し、 $\text{R}$ は1または2である)を示す。]

て表わされるピラゾール誘導体とを配合して各々の単味施用では期待できぬ程著しい相乗効果をもたらし、低施用量で多くの種類の問題雑草を枯殺できることを特徴とする混合除草剤に関するものである。

現在、水田用除草剤として数多くの除草剤が実用化されており、単剤および混合剤として広く一般に使用されている。しかしながら、水田

(3)

に防除し、しかも水稻に対して高度の安全性を有し、人畜毒性のきわめて低い安全な除草剤の検索を続けた結果、2種の有効成分を配合することによつてこれらの問題点を改良した優れた除草剤が、得られることを知り、本発明を完成了。

すなわち、本発明は、特公昭53-23379号公報に記載のある2-クロル-2',6'-ジエチル-N-(プロポキシエチル)アセトアニリド(以下(A)と略す)と、特開昭50-126830号公報に一部記載のあるピラゾール化合物との混合剤である。

本発明をさらに詳細に説明すると、本除草剤の成分の1つである(A)は、ノビエ、広葉雑草および近年多発が問題となつている多年生雑草のミズガヤツリ、マツバイ、ホタルイ等に対して生育初期処理で効果が高く、稻に対しても通常の使用量では薬害のない除草剤であるが、雑草の生育が進むと効果が弱くなる。

一方、ピラゾール系化合物は、水田において

雑草は多種類におよび一年生雑草に有効な除草剤は数多いが多年生雑草に効果のある除草剤はほとんどない。そのため多年生雑草が増加し、その防除が切望されている。

多年生雑草は、一般に成長が旺盛で発生期間が長く強害草の一種でもある。したがつて除草剤としては、多くの種類の雑草を枯殺できる殺草スペクトルの広い性質が望まれる。

また、最近の水稻栽培は機械化の導入、移植時期の早期化が急速に広まり、従来以上に雑草発生に好適な場を与えており、一回の除草剤施用では完全な雑草防除を期待することができない傾向にある。このため同一もしくは相異なる除草剤が数回にわたつくり返し使用されているが、このような除草剤のくり返し使用は、多大の労力を要するばかりでなく、多量施用による水稻薬害や土壤残留等好ましからざる問題を提起している。

本発明者らは、従来の除草剤のこれらの問題点を改良する目的で、一回散布で全雑草を完全

(4)

は水稻に薬害を及ぼすことなく、一年生イネ科雑草、広葉雑草およびミズガヤツリ、オモダカウリカワ等の多年生雑草に対しても効果を有する。しかし雑草がある程度大きくなつた時に薬剤処理すると、その効果は低下し、特にノビエに対する効果は不充分になる。

しかし、両者を混合施用して、その除草効果、薬害等について検討した結果、驚くべきことに各单剤で得られていた適用範囲を越えて、殺草幅が拡大され、その殺草幅は、イネ科、カヤツリグサ科、一般広葉雑草およびホタルイ、ミズガヤツリ、ウリカワ等の多年生雑草一般にまでおよび、さらには水稻に対する安全性をそことなく、その散布適期幅を拡大できるという効果が判明した。また、本除草剤は単味使用薬量よりはるかに低薬量同志の混合で充分その効果を發揮し、一回処理剤として充分な程に殺草効力の増大が計られ、その効力持続性は長期に及ぶ。

本発明の除草剤において一方の有効成分とし

て用いられる前記一般式(1)を有する化合物を例示すれば次のとおりである(なお、化合物番号は以下の記載において参照される。)。

- (1) 1, 3-ジメチル-4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-5-ヒドロキシピラゾール
- (2) 1, 3-ジメチル-4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-5-アートルエンスルホニルオキシピラゾール
- (3) 5-ベンジルオキシ-4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチルピラゾール
- (4) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(2, 4-ジニトロベンジルオキシ)ピラゾール
- (5) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(4-クロロベンジルオキシ)ピラゾール
- (6) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(4-メチルベンジルオキ

(7)

- ジメチル-5-(2-エトキシカルボニルエトキシ)ピラゾール
- (14) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-アーブロビルオキシカルボニルメトキシピラゾール
- (15) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-フェナシルオキシピラゾール
- (16) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(3-ニトロフェナシルオキシ)ピラゾール
- (17) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(4-メチルフェナシルオキシ)ピラゾール
- (18) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-5-(3, 5-ジクロロフェナシルオキシ)-1, 3-ジメチルピラゾール
- (19) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-5-(3, 5-ジクロロ-4-メチルフェナシ

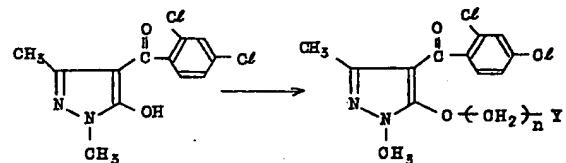
(8)

- シ)ピラゾール
- (7) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(4-ニトロベンジルオキシ)ピラゾール
- (8) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-5-メトキシメトキシ-1, 3-ジメチルピラゾール
- (9) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-メチルテオメトキシピラゾール
- (10) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(2-オキソプロピルオキシ)ピラゾール
- (11) 5-ローブチルテオメトキシ-4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチルピラゾール
- (12) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-エトキシカルボニルメトキシピラゾール
- (13) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3

(9)

- ルオキシ)-1, 3-ジメチルピラゾール
- (20) 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-5-(3, 5-ジクロロ-4-メトキシフェナシルオキシ)-1, 3-ジメチルピラゾール

本発明の除草剤の一方の有効成分である前記[1]式の化合物は、化合物(1)および(2)を除きいずれも文献未載の新規化合物であつて、たとえば、次の反応式で示すように、化合物(1)を、基 $-\text{CH}_2-\text{Y}$ に対応する置換アルキル化剤で置換アルキル化することにより容易に製造することができる。



(上記式中、YおよびY'は前記したものと同一である。)

基 $-\text{CH}_2-\text{Y}$ に対応する置換アルキル化剤としては、たとえば、塩化物、臭化物もしく

(10)

酸カリウム、重炭酸ナトリウムのような無機塩基、トリエチルアミン、ピリジン、N,N-ジエチルアニリン等の有機塩基があげられる。

反応温度は特に限定なく、室温ないし溶媒の還流温度で行なわれる。反応時間は、反応剤、反応温度により異なり、通常30分ないし24時間である。

反応終了後、目的物は常法に従つて単離され、必要に応じて、カラムクロマトグラフィー、再結晶等の方法で精製される。

本発明の有効成分である式(I)の化合物の製造法を次の製造例によつて説明する。

#### 製造例 1

4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-ヒドロキシピラゾール  
1.425g、ベンゼン 15ml、トリエチルアミン 0.505g およびD-メチルベンジルブロマイド 0.825g の混合物を攪拌下、1時間加熱還流する。冷後、水、ついで5%重炭酸ナトリウム水溶液で洗浄し、乾燥して、溶

(11)

媒を留去すると、1.73g の粗結晶が得られる。このものをエタノールから再結晶して、1.45g (収率: 74.6%) の 4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-(4-メチルベンジルオキシ)ピラゾールが得られる。mp. 90~91°C。

#### 製造例 2

4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-ヒドロキシピラゾール  
1.425g、ベンゼン 15ml、トリエチルアミン 0.505g およびフェナシルブロマイド 0.995g の混合物を攪拌下、1時間加熱還流する。冷後、水を加えて塩を分離し、5%重炭酸ナトリウム水溶液、次いで水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を留去すると 1.75g の油状物が得られる。これをカラムクロマトグラフィー(シリカ・ゲル; ベンゼン: 酢酸エチル = 6:1 で溶出)で分離して 1.2g (収率: 58.6%) の 4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル

(12)

-5-フエナシルオキシピラゾールが得られる。mp 108.5~110.5°C (ローハキサンより再結)。

#### 製造例 3

4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-ヒドロキシピラゾール  
1.0g IC、アセトニトリル 70ml、炭酸カリウム(無水) 4.85g を加えて、室温にて2時間攪拌し、フェナシルブロマイド、7.7g をアセトニトリル 10ml にとかした溶液を加えて攪拌下、1時間還流する。塩を汎去し、汎液を濃縮してベンゼンを加え、希重炭酸ナトリウム水溶液、ついで水で洗浄する。無水硫酸ナトリウムで乾燥し、溶媒を留去して得られた残渣にローハキサンを加えて結晶化し、汎取すると、12.88g (収率: 91.2%) の 4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-フエナシルオキシピラゾールが得られる。mp 108.5~110.5°C (ローハキサンより再結)。

(13)

-234-

(14)

$n_D^{20.5}$  1.5878

4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-

-ジメチル-5-ヒドロキシピラゾール  
285g にアセトニトリル 20ml と炭酸カリウム(無水)、1.88g を加えて、室温にて2時間搅拌し、次にクロルメチルメチルスルトイド、0.985g を加えて1時間還流する。冷後、塩をろ去し、ろ液は減圧下に留去して3.0g の油状物が得られる。これをシリカゲルカラムクロマトグラフィ: ベンゼン: アセトン(10:1) で流出させて、248g (收率: 72%) の油状物 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-メチルテオメトキシピラゾールを得る。 $n_D^{20}$  1.5895

## 製造例 4

4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-ヒドロキシピラゾール  
285g にアセトニトリル 20ml と炭酸カリウム(無水)、1.88g を加えて、室温にて2時間搅拌し、次にクロルメチルメチルスルトイド、0.985g を加えて1時間還流する。冷後、塩をろ去し、ろ液は減圧下に留去して3.0g の油状物が得られる。これをシリカゲルカラムクロマトグラフィ: ベンゼン: アセトン(10:1) で流出させて、248g (收率: 72%) の油状物 4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-メチルテオメトキシピラゾールを得る。 $n_D^{20}$  1.5895

上記製造例 1ないし 4 の方法に準じて次の化合物が製造される。

5-ベンジルオキシ-4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチルピラゾール

(15)

 $n_D^{18}$  1.5475

4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(4-メチルフェナシルオキシ)ピラゾール

 $n_D^{20}$  1.5945

4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-5-(3, 5-ジクロロ-4-メチルフェナシルオキシ)-1, 3-ジメチルピラゾール

m.p. 124 ~ 125°C

4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-5-(3, 5-ジクロロ-4-メトキシフェナシルオキシ)-1, 3-ジメチルピラゾール

m.p. 135 ~ 136°C

本発明に示された混合剤は、文献未記載の新規な組合せであり、もちろんその特異な効力増強を旨とした文献もない。本発明に関する相乗作用は広い範囲の混合比で認められ、化合物(A)1重量部に対して一般式(I)で示される化合物を0.1 ~ 1.0重量部の割合で混合して、有用な除草剤を作成することができる。このようにして

 $\nu_c = 0; 1740 \text{ cm}^{-1}, 1840 \text{ cm}^{-1}$ 

4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(4-クロロベンジルオキシ)ピラゾール

m.p. 138 ~ 139°C

4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(4-ニトロベンジルオキシ)ピラゾール

m.p. 146 ~ 147°C

4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-エトキシカルボニルメトキシピラゾール

 $\nu_c = 0; 1760 \text{ cm}^{-1}, 1850 \text{ cm}^{-1}$ 

4-(2, 4-ジクロロベンゾイル)-1, 3-ジメチル-5-(2-エトキシカルボニルエトキシ)ピラゾール

(16)

完成された本発明除草剤は、雑草の発芽前および発芽後に処理しても効果を有し、土壤処理、茎葉散布処理でも高い効果が得られる。適用場面としては水稻用はもちろんのこと、各種穀類、マメ類、ワタ、そ菜類、果樹園、芝生、牧草地、茶園、桑園、森林地、非農耕地等で有用である。

本発明混合剤は、原体そのものを散布してもよいし、担体および必要に応じて他の補助剤と混合して、除草剤として通常用いられる製剤形態、たとえば粉剤、粗粉剤、微粒剤、粒剤、水和剤、乳剤、水溶液剤、水溶剤、油懸濁剤等に調製されて使用される。

本発明除草剤を調製するのに使用する適当な固体担体としては、カオリナイト群、モンモリノナイト群あるいはアタバルドジャイト群等で代表されるクレー類、タルク、雲母、葉ロウ石、蛭石、バーミュライト、石こう、炭酸カルシウム、ドロマイト、けいそう土、マグネシウム石灰、りん灰石、ゼオライト、無水ケイ酸、合成ケイ酸カルシウム等の無機物質、大豆粉、タバコ粉、クルミ粉、小麦粉、木粉、でんぶん、

(17)

-235-

(18)

結晶セルロース等の植物性有機物質、クマロン樹脂、石油樹脂、アルキド樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリアルキレングリコール、ケトン樹脂、エステルガム、コーパルガム、ダンマルガム等の合成または天然の高分子化合物、カルナバロウ、密ロウ等のワックス類、あるいは尿素等があげられる。

適当な液体担体としては、ケロシン、鉱油、スピンドル油、ホワイトオイル等のパラフィン系もしくはナフテン系炭化水素、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、クメン、メチルナフタリン等の芳香族炭化水素、四塩化炭素、クロロホルム、トリクロルエチレン、モノクロルベンゼン、ロークロルトルエン等の塩素化炭化水素、ジオキサン、テトラヒドロフランのようなエーテル類、アセトン、メチルエチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサン、アセトフェノン、イソホロン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸アミル、エチレングリコールアセテート、ジエチレングリコールアセテ

(19)

エチレンオキシドを重合付加させたもの、イソオクチルエノール、ノニルエノール等のアルキルエノールにエチレンオキシドを重合付加させたもの、ブチルナフトール、オクチルナフトール等のアルキルナフトールにエチレンオキシドを重合付加させたもの、ペルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸等の高級脂肪酸にエチレンオキシドを重合付加させたもの、ステアリルりん酸、ジラクリルりん酸等のモノもしくはジアルキルりん酸にエチレンオキシドを重合付加させたもの、ドデシルアミン、ステアリン酸アミド等のアミンにエチレンオキシドを重合付加させたもの、ソルビタン等の多価アルコールの高級脂肪酸エステルおよびそれにエチレンオキシドを重合付加させたもの、エチレンオキシドとプロピレンオキシドを重合付加させたものの等があげられる。適当な陰イオン性界面活性剤としては、たとえば、ラクリル硫酸ナトリウム、オレイルアルコール硫酸エステルアミン塩等のアルキル硫酸エステル塩、スルホコハク酸

ト、マレイン酸ジブチル、コハク酸ジエチル等のエステル類、メタノール、ヨークヘキサノール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、シクロヘキサン、ベンジルアルコール等のアルコール類、エチレングリコールエチルエーテル、エチレングリコールフエニルエーテル、ジエチレングリコールエチルエーテル、ジエチレングリコールブチルエーテル等のエーテルアルコール類、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等の極性溶媒あるいは水等があげられる。

乳化、分散、湿润、拡展、結合、崩壊性調節、有効成分安定化、流動性改良、防錫等の目的で使用される界面活性剤は、非イオン性、陰イオン性、陽イオン性および両性イオン性のいずれのものをも使用しうるが、通常は非イオン性および（または）陰イオン性のものが使用される。適当な非イオン性界面活性剤としては、たとえば、ラクリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール等の高級アルコールに

(20)

ジオクチルエステルナトリウム、2-エチルヘキセンスルホン酸ナトリウム等のアルキルスルホン酸塩、イソプロピルナフタレンスルホン酸ナトリウム、メチレンビスナフタレンスルホン酸ナトリウム、リグニンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム等のアリールスルホン酸塩等があげられる。

さらに本発明の除草剤には製剤の性状を改善し、生物効果を高める目的で、カゼイン、ゼラチン、アルブミン、ニカワ、アルギン酸ソーダ、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリビニルアルコール等の高分子化合物や他の補助剤を併用することもできる。

上記の担体および種々の補助剤は製剤の劑型、適用場面等を考慮して、目的に応じてそれぞれ単独にあるいは組合わせて適宜使用される。

粉剤は、たとえば有効成分化合物を通常1ないし2.5重量部含有し、残部は固体担体である。

水和剤は、たとえば有効成分化合物を通常2.5

(21)

-236-

(22)

ないし 9.0 重量部含有し、残部は固体担体、分散潤滑剤であつて、必要に応じて保護コロイド剤、チキソトロピー剤、消泡剤等が加えられる。

粒剤は、たとえば有効成分化合物を通常 1 ないし 3.5 重量部含有し、残部は大部分が固体担体である。有効成分化合物は固体担体と均一に混合されているか、あるいは固体担体の表面に均一に固着もしくは吸着されており、粒の径は約 0.2 ないし 1.5 mm 程度である。

乳剤は、たとえば有効成分化合物を通常 5 ないし 3.0 重量部含有しており、これに約 5 ないし 2.0 重量部の乳化剤が含まれ、残部は液体担体であり、必要に応じて防錆剤が加えられる。

以下に本除草剤の配合例を示す。

#### 配合例 1

化合物(1) 2.0 重量部、化合物(A) 2.0 重量部、ドデシルベンゼンスルホン酸塩 2.5 重量部、リグニンスルホン酸塩 2.5 重量部および珪藻土 5.5 重量部をよく粉砕混合して水和剤を得る。

(23)

分を含まない粒状物を作る。この粒状物 9.5 重量部に化合物(15)を 1 重量部、化合物(A)を 4 重量部含浸させて粒剤を得る。

次に本発明の有用性をさらに具体的に示すために試験例をあげて説明する。

#### 試験例 1

内径 8 cm のポリエチレン製ポットに水田土壤を充填し、水田状態でホタルイを育成し、ホタルイの 1 葉期に水和剤に製剤した各所定量の薬剤を灌水土壤処理した。ポットは 25 ~ 30 °C の温室内に置いて管理育成し、処理後 30 日目に残存しているホタルイの地上部生重を測定し、対無処理区比を算出した。

試験化合物としては、化合物(2)と化合物(A)との組合せ、化合物(15)と化合物(A)との組合せ、および化合物(17)と化合物(A)との組合せを用い、その結果を第 1 表に示す。

#### 配合例 2

化合物(3) 1.5 重量部、化合物(A) 5 重量部、乳化剤ソルボール SM 100 (東邦化学登録商標名) 1.5 重量部およびキシレン 8.5 重量部をよく混合して乳剤を得る。

#### 配合例 3

化合物(2) 5 重量部、化合物(A) 3 重量部、ホワイトカーボン 3 重量部、リグニンスルホン酸塩 5 重量部およびクレー 8.4 重量部をよく粉砕混合し、水を加えてよく練り合わせた後造粒乾燥して粒剤を得る。

#### 配合例 4

化合物(17) 1 重量部、化合物(A) 3 重量部、リン酸イソプロピル 1 重量部、クレー 6.5 重量部およびタルク 3.0 重量部をよく粉砕混合して粉剤を得る。

#### 配合例 5

ペントナイト 4.0 重量部、リグニンスルホン酸塩 5 重量部およびクレー 5.5 重量部を粉砕混合し、加水、混練後造粒乾燥し、活性成

(24)

第 1 表

化合物(A) 施用量 化合物名 および施用量 (g/a)	残草量対無処理区比 (%)					
	0	0.625	1.25	2.5	5	10
化合物(2)	0	(100)	90	63	47	6
	1.25	100	64	41	19	0
	2.5	87	46	25	10	0
	5	75	32	17	5	0
	10	44	18	8	0	0
	20	27	8	0	0	0
	40	8	0	0	0	0
化合物(15)	2.5	92	44	26	9	0
	5	78	34	18	6	0
	10	47	19	13	0	0
化合物(17)	2.5	90	45	27	10	0
	5	77	38	17	8	0
	10	42	16	12	0	0

(25)

—237—

(26)

## 試験例 2

水田土壤 3 缶ずつ充填した  $\frac{1}{5000}$  a のワグネルポットに水を入れて水田状態にし、このポットにタイヌビエ、ホタルイおよびコナギ、アゼナ、ヤカシグサ等の広葉雑草種子を播種し、またウリカワ、ミズガヤツリの塊茎を植えつけた。さらに 2.5 葉期の稻苗を移植し、ポットを 2.0 ~ 2.5 ℃ の温室室内に置いて植物を育成し、播種後 7 日目、ヒエが 1 葉期の時期に所定量の薬剤を水和剤に割り、水に希釈し、ポット当たり 10 cc 处理した。その後温室室内で育成し、薬剤処理後 25 日目に除草効果を調査した。なお、除草効果は抑草率、白化の程度等の観察により、下記のように 0 ~ 10 の数字で表わした。その結果を第 2 表に示した。

抑草率 %	
0	0 ~ 9
1	10 ~ 19
2	20 ~ 28
3	30 ~ 39
4	40 ~ 49
5	50 ~ 59
6	60 ~ 69
7	70 ~ 79
8	80 ~ 89
9	90 ~ 99
10	100 (完全枯死)

第 2 表

化合物名	施用量 (a.1.g/a)	除草効果				
		ヒエ	広葉雑草	ホタルイ	ウリカワ	ミズガヤツリ
(1)	3	4	5	4	7	4
(A)	0.5	2	0	1	0	1
(1)+(A)	3 + 0.5	10	9	10	9	10
(2)	2	2	4	3	4	1
(A)	1	3	3	3	0	2
(2)+(A)	2 + 1	9	10	10	9	8

(27)

(28)

化合物名	施用量 (a.1.g/a)	除草効果				
		ヒエ	広葉雑草	ホタルイ	ウリカワ	ミズガヤツリ
(2)	1	0	2	0	1	0
(A)	2	0	7	6	1	6
(2)+(A)	1 + 2	10	10	10	7	9
(3)	2	2	4	2	4	1
(A)	1	3	3	3	0	2
(3)+(A)	2 + 1	10	10	9	8	8
(9)	2	2	4	3	3	1
(A)	1	3	3	3	0	2
(9)+(A)	2 + 1	10	10	10	8	9
(10)	1	0	1	0	1	0
(A)	2	0	7	6	1	6
(10)+(A)	1 + 2	10	10	9	6	9
(15)	3	4	4	4	8	3
(A)	1	3	3	3	0	2
(15)+(A)	3 + 1	10	10	10	8	9

(29)

化合物名	施用量 (a.1.g/a)	除草効果				
		ヒエ	広葉雑草	ホタルイ	ウリカワ	ミズガヤツリ
(15)	4	5	5	4	6	4
(A)	0.5	2	0	1	0	1
(15)+(A)	4 + 0.5	10	9	10	9	9
(6)	2	2	4	3	3	1
(A)	1	3	3	3	0	2
(6)+(A)	2 + 1	10	10	9	8	8
(12)	2	1	3	2	4	0
(A)	2	6	7	6	1	6
(12)+(A)	2 + 2	10	10	10	9	10
(17)	2	2	4	2	4	1
(A)	1	3	3	3	0	2
(17)+(A)	2 + 1	10	10	10	8	8
(17)	4	5	8	4	6	4
(A)	0.5	2	0	1	0	1
(17)+(A)	4 + 0.5	10	9	10	9	10

(30)

## 試験例 3

埴壤土で減水深1～2cm/日の条件の水田圃場を使用し、5月10日に2～3葉期の稻苗を移植し、移植後3日目または7日目に所定量の粒剤化した薬剤を湛水土壤処理した。薬剤処理後40日目に枯れずに残つた雑草を採取し、乾重を測定して対無処理区比を算出した。イネに対する薬害は観察によつた。なお試験区は1区6m<sup>2</sup>とし、2連制でおこなつた。その結果を第3表に示す。

第3表

施用時期	化合物名	施用量 (0.1g/a)	雑草量対無処理区比 (%)				1木 薬管
			タイスビエ	マツベイ	クリカワ	ミズガヤ シリ	
3日後	(2)+(A)	1.0+2	0	0	0	0	0 なし
	(2)	1.0	4.2	5.7	8.5	>100	7.8
	(A)	2	2.6	3.4	4.9	>100	5.3 3.3
7日後	(2)+(A)	1.2+2	0	0	6	0	5 なし
	(2)	1.0	9.5	7.8	>100	2.8	>100
	(A)	2	4.9	4.8	5.8	>100	7.0 6.4
3日後	(2)	3.0	0	6	8	0	5.4 1.1 なし
	(A)	6	0	0	0	>100	5 2 強
3日後	(对照) CNP	2.7	0	0	2.5	>100	9.1 8.6 乾

(31)

(32)

